

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-20828

(43) 公開日 平成9年(1997)1月21日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 G 85/00	N V C		C 0 8 G 85/00	N V C
69/04	N R L		69/04	N R L

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平7-170064

(22) 出願日 平成7年(1995)7月5日

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 山本 浩房

愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東  
レ株式会社名古屋事業場内

(54) 【発明の名称】 ポリマの製造方法およびバッチ式重合装置

(57) 【要約】

【構成】反応後のポリマをバッチ式反応器から排出し、ペレタイザーを用いてペレット化するに際し、ペレタイザーの負荷電力変化により、ポリマの排出終了を検知することを特徴とするポリマの製造方法、および排出バルブを有するポリマ反応器1、ペレタイザー4、ペレタイザー負荷電力検知装置3およびペレタイザーの使用電力の変化によって排出バルブの閉止を指令する手段5を具備した指令機を有することを特徴とするバッチ式重合装置。。

【効果】反応終了後のポリマの排出終了の検出が容易であり、また反応容器に残存するポリマの量も安定する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】反応後のポリマをバッチ式反応器から排出し、ペレタイザーを用いてペレット化する工程を有するポリマの製造方法において、ペレタイザーの負荷電力変化によりポリマの排出終了を検知し、バッチ式反応器の排出バルブを閉止する工程を有することを特徴とするポリマの製造方法。

【請求項2】ポリマがポリアミドであることを特徴とする請求項1記載のポリマの製造方法。

【請求項3】排出バルブを有するポリマ反応器1、ペレタイザー4、ペレタイザー負荷電力検知装置3およびペレタイザーの使用電力の変化によって排出バルブの閉止を指令する手段5を具備した指令機を有することを特徴とするバッチ式重合装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ポリマの製造方法に関するものであり、なかでもバッチ式反応器からのポリマの排出終了を自動で検知する方法、およびそれに用いるバッチ式重合装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ポリエステル、ポリアミド等のポリマは機械的強度、耐熱性等の特性に優れるため、繊維用、樹脂成形用に幅広く用いられている。これらポリマーは反応器内で原料モノマーより重合され、排出、冷却固化させた後ペレット化され繊維用、樹脂成形用材料として用いられる。

【0003】重合反応の形態として原料の供給、重合、得られたポリマーの排出を連続して行う連続式と、反応器への原料の供給を、重合により得られたポリマーの排出後に行うバッチ式とに大きく分類できる。バッチ式で重合を行う場合、反応後のポリマ排出開始/終了操作を反応毎に行う必要があり連続式に比べて生産コストアップの要因となっている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】上に示した観点から、従来からポリマの排出開始/終了操作を自動化する方法が検討されている。特にポリマの排出終了を自動化するためには反応器からのポリマ排出終了を事前あるいは直後に検知する必要がある。このために排出時のポリマ液面を検知する方法として差圧式液面計により検知する方法などがあるが反応器内が高温であり、また通常の液体に比べポリマ流体はかなりの粘性を持つため実用上十分満足できるものではない。

【0005】また気相部とポリマ部との熱伝導度の違いにより液面の位置を検知する方法があるが、検知部を加熱する必要がありポリマ劣化等の品質上の懸念がある。さらに実公昭56-6446号公報や特開昭63-170402公報に見られるように、反応器内の気相部とポリマ部との温度差により、排出時のポリマ液面の位置を

検知し、排出終了を検知する方法があるが、反応器内気相部とポリマ部との温度差が十分大きい場合には問題がないが、温度差が小さい場合には適切に検知することができず、ポリマが多量に残存したり、逆に排出が終了しても排出終了を検知できず、排出のための加圧用のガスが多量に吹き出すという問題があった。また熔融ポリマの液温が不均一である場合、排出終了していないにもかかわらず、温度変化として検知し、誤ってポリマ排出を停止してしまうこともあった。

【0006】このように排出終了を自動検知する技術は十分に確立しているとは言えず、オペレータが目視により加圧ガスが吹き出していることを認識した時に排出終了としているのが現状である。

【0007】本発明の目的はポリマの反応器からの排出終了を自動で検知し、排出操作を自動的に停止する方法を提供することである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は「反応後のポリマをバッチ式反応器から排出し、ペレタイザーを用いてペレット化工程を有するポリマの製造方法において、ペレタイザーの負荷電力変化によりポリマの排出終了を検知し、バッチ式反応器の排出バルブを閉止する工程を有することを特徴とするポリマの製造方法。」およびその方法に用いられる「排出バルブを有するポリマ反応器1、ペレタイザー4、ペレタイザー負荷電力検知装置3およびペレタイザーの使用電力の変化によって排出バルブの閉止を指令する手段5を具備した指令機を有することを特徴とするバッチ式重合装置。」からなる。

【0009】本発明の方法を、本発明の方法に使用されるバッチ式重合装置に関する図面を用いて説明する。図1においてバッチ式重合装置20は、ポリマ反応器1、ポリマ反応器1の下部に設けられた排出バルブ2、ペレタイザ4、ペレタイザー電力検知装置3、指令機5、および必要に応じて排出されたポリマの冷却設備6から構成される。

【0010】ポリマ反応器1において、所定の反応が終了して得られた熔融ポリマは、排出バルブ2を開くことによって、排出される。この場合熔融ポリマは、ペレット化への適性から、好ましくはガット状またはシート状として排出される。排出された熔融ポリマは、冷却装置6に導入され、冷却されて固化されて、固形ポリアミド14となり、次いでペレタイザ4に導入され、切断されペレット13となる。

【0011】ペレタイザー4では使用電力の変化がペレタイザ電力検知装置3によって測定され、測定された情報は排出バルブの開閉を指令する手段を具備した指令機5に供給される。電力の測定は、ペレタイザーのモータの負荷で行なうことができる。負荷電力に大きな変化がない場合には、排出バルブを閉止する指令は出されない。一方、ポリマ反応器からのポリマの排出が終了し、

ペレタイザ4へのポリマの供給がなくなると、ペレタイザの負荷が減少する。指令機5では、ポリマ排出終了時の負荷電力の変化を認識し、排出バルブ2へ閉止指令が出され、排出バルブ2は閉止される。

【0012】ペレタイザ4の使用電力負荷は実際にペレット化に要する電力と空運転に要するベース電力とからなる。本発明ではベース電力に対する総負荷電力の比は特に限定されないが、ベース電力に対して総負荷電力が1.15倍以上となるように設定することが好ましい。このためには、ベース電力が低い装置を用いる方法、またポリマの排出量を大きくとり、ペレット化に要する負荷を高める方法が採用できる。上記負荷電力の比が1.15倍に満たない場合、排出速度の変動などによる電力負荷の変動により誤判定する場合がある。

【0013】また本発明の方法は特に、品質改善等の目的から排出終了後に残っている反応器のポリマ量を低減させたいときに有効である。また本発明は、反応器内部の液面位置を何等かの方法で検出し排出終了を判定する方法の誤作動時、つまり実際には排出終了しているにもかかわらず液面が良好に検出できなかったために排出終了を検知できなかった場合のバックアップとして用いる場合にも有効である。

【0014】本発明のポリマ排出終了の検知方法は、溶融重合のための反応器からポリマを排出しペレタイザによりペレット化する場合に有効である。ポリマは限定されるものではないが、特にポリアミドの合成反応に有効である。ポリアミドとはアミド結合が主鎖に介在した重合体であれば任意であり具体的にはε-カプロラクタム、6-アミノカプロン酸、ω-エナントラクタム、7-アミノヘプタン酸、などから得られる重合体もしくは共重合体、ヘキサメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、メタキシレンジアミンなどのジアミンとテレフタル酸、イソフタル酸、アジピン酸、セバシン酸などのジカルボン酸とを重縮合して得られる重合体もしくは共重合体を例示することができる。また通常ポリアミドの重合に用いられる添加剤、例えば末端基量調整剤、重合度調整剤、重合促進剤、耐熱剤、耐候剤、艶消し剤等を含んでいてもなんら問題はない。

【0015】

【実施例】以下本発明を実施例によってさらに詳細に説明する。

【0016】実施例

図1に示す形状で、反応器の容積が5000Lであるバッチ式重合装置を準備した。ポリアミド66の原料モノマーであるヘキサメチレンジアミンモニウムアジペートの80%水溶液3000kgを反応器1に仕込んで通常の重合方法で反応を行い重合終了後、ポリマを溶融状態で排出し、冷却装置6を通じて、ペレタイザ3へ供給し、ペレット化を行った。排出、ペレット化は時間当たり4

000kgの速度とした。

【0017】ペレタイザ3では、電力負荷が約5.0kWであった。排出終了指令機5におけるバルブ閉止指令の条件として、ペレタイザ電力負荷変化が、1秒あたり0.5kWの低下としたところ、排出終了を検知でき、指令機5からのバルブ閉止指令によって、排出バルブ2を閉止した。

【0018】上記、ポリアミドの原料の供給から排出バルブの閉止までの操作を総計30回行った。ポリマ排出の排出にあたって、図1の温度計11でポリマ液温、温度計12で気相温度を測定した。30回の操作のうち、液温と気相温度との温度差が5℃未満の場合が11回、5℃以上の場合が19回であった。各操作によって得られたペレットの重量の標準偏差を、および液温と気相温度との差が5℃以上、5℃未満の場合に区分して、表1に示した。

【0019】比較例

実施例と同様の装置を用い、温度計11により反応器下部の温度が1秒あたり0.5℃以上の変化となる時期を排出終了と判定し、バルブを閉止した。ポリアミド原料の供給から、重合、排出バルブの閉止までの操作を繰り返し総計30回行った。実施例と同様に、各回のポリマ液温および気相温度を測定した。30回の操作のうち、液温と気相温度との温度差が5℃未満の場合が10回、5℃以上の場合が20回であった。各操作によって得られたペレットの重量の標準偏差を、液温と気相温度との差が5℃以上、5℃未満の場合に区分して、表1に示した。

【0020】このようにペレタイザの負荷電力変化により、ポリマ排出終了を検知し、排出バルブを閉止する方法は、従来技術である排出時のポリマ温度と気相部温度との差により液面を検知して排出終了判定を行う方法に比べて、ポリマ液温と気相部温度の差が低い場合においても、製造されるポリマのペレット量が安定していることがわかる。排出終了時に反応器内に残存しているポリマ量も安定していることを意味する。

【0021】

【表1】

表1 ポリマ吐出量の標準偏差

ポリマ液温と気相温度との差	5℃未満	5℃以上
実施例	10.1kg	9.8kg
比較例	29.8kg	15.3kg

【0022】

【発明の効果】本発明の方法によれば、反応終了後のポリマの排出終了を、反応器内のポリマ温度と気相部温度との差が小さい場合でも検出が可能であり、また反応容器に残存するポリマの量も安定する。

【図面の簡単な説明】

5

6

【図1】本発明のポリマの製造方法の概略図である。

【符号の説明】

1：反応器  
2：排出バルブ  
3：負荷電力検出装置  
4：ペレタイザ

5：バルブ閉止指令機  
6：ポリマ冷却設備  
8：ペレタイザ負荷入力  
9：排出バルブ閉止出力  
11, 12：温度計  
20：バッチ式重合装置

【図1】

